

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009174524 \*\*Image available\*\*

WPI Acc No: 1992-301958/199237

XRAM Acc No: C92-134565

XRPX Acc No: N92-230986

Large area diamond article prodn. - by plasma CVD on cooled rotating substrate

Patent Assignee: GENERAL ELECTRIC CO (GENE )

Inventor: GASWORTH S M

Number of Countries: 008 Number of Patents: 007

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 502657	A1	19920909	EP 92301693	A	19920228	199237 B
CA 2062005	A	19920905	CA 2062005	A	19920227	199247
ZA 9201208	A	19930224	ZA 921208	A	19920219	199315
<b>JP 5078851</b>	A	19930330	JP 9241826	A	19920228	199317
US 5204145	A	19930420	US 91664153	A	19910304	199317
			US 92948077	A	19920921	
EP 502657	B1	19951115	EP 92301693	A	19920228	199550
DE 69206019	E	19951221	DE 606019	A	19920228	199605
			EP 92301693	A	19920228	

Priority Applications (No Type Date): US 91664153 A 19910304; US 92948077 A 19920921

Cited Patents: DE 3927136; GB 2219578

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	--------	----------	--------------

EP 502657	A1 E	10	C30B-029/04	
-----------	------	----	-------------	--

Designated States (Regional): DE FR GB SE

ZA 9201208	A	20	C30B-000/00	
------------	---	----	-------------	--

JP 5078851	A	8	C23C-016/50	
------------	---	---	-------------	--

US 5204145	A	8	C23C-016/48	Cont of application US 91664153
------------	---	---	-------------	---------------------------------

EP 502657	B1 E	14	C30B-029/04	
-----------	------	----	-------------	--

Designated States (Regional): DE FR GB SE

DE 69206019	E		C30B-029/04	Based on patent EP 502657
-------------	---	--	-------------	---------------------------

CA 2062005	A		A61M-025/00	
------------	---	--	-------------	--

**Abstract (Basic): EP 502657 A**

Appts. for producing diamond articles by CVD comprises (i) a controlled pressure, closed reaction chamber having a throat and an exhaust system; (ii) a partially enclosed CVD zone confined within the chamber and having at least one wall formed by a cooled rotated substrate; (iii) a plasma torch connected to the chamber throat and having its jet discharge end aligned to trap its jet within the CVD zone; (iv) a gas feed system for the torch; and (v) a nozzle for introducing a carbon cpd. into the CVD zone near the chamber throat or through the gas feed system.

A diamond article is produced by a CVD process comprising (a) feeding hydrogen and opt. inert gas into the arc discharge of a d.c. arc discharge plasma torch to produce a plasma jet within a closed

reaction chamber maintained at a desired pressure; (b) feeding a gaseous carbon cpd. into the jet and radicalising hydrogen and the carbon cpd. in the jet; (c) directing the jet into a partially enclosed CVD zone confined within the chamber and trapping the jet in the CVD zone at least one wall of which is a cooled rotating substrate; (d) quenching the jet by impingement on the cooled substrate to form a diamond layer; and (e) separating the layer from the substrate to form the article.

USE/ADVANTAGE - The appts. is useful for forming diamond heat sinks or circuit substrates for semiconductor devices, IR transparent windows or radomes of missiles, and the like. Large area diamond layers are produced.

Dwg.1/2

Title Terms: AREA; DIAMOND; ARTICLE; PRODUCE; PLASMA; CVD; COOLING; ROTATING; SUBSTRATE

Derwent Class: L03; P34; U11; V05

International Patent Class (Main): A61M-025/00; C23C-016/48; C23C-016/50; C30B-029/04

International Patent Class (Additional): B01J-003/06; C23C-016/26

File Segment: CPI; EPI; EngPI

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-78851

(43)公開日 平成5年(1993)3月30日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 3 C 16/50  
16/26

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

7325-4K

7325-4K

審査請求 未請求 請求項の数20(全 8 頁)

(21)出願番号 特願平4-41826

(22)出願日 平成4年(1992)2月28日

(31)優先権主張番号 6 6 4 1 5 3

(32)優先日 1991年3月4日

(33)優先権主張国 米国(US)

(71)出願人 390041542

ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ

GENERAL ELECTRIC CO  
MPANY

アメリカ合衆国、ニューヨーク州、スケネ  
クタディ、リバーロード、1番

(72)発明者 スチーブン・マーク・ガスワース

アメリカ合衆国、ニューヨーク州、グレン  
ビレ、エルムウッド・ドライブ、107番

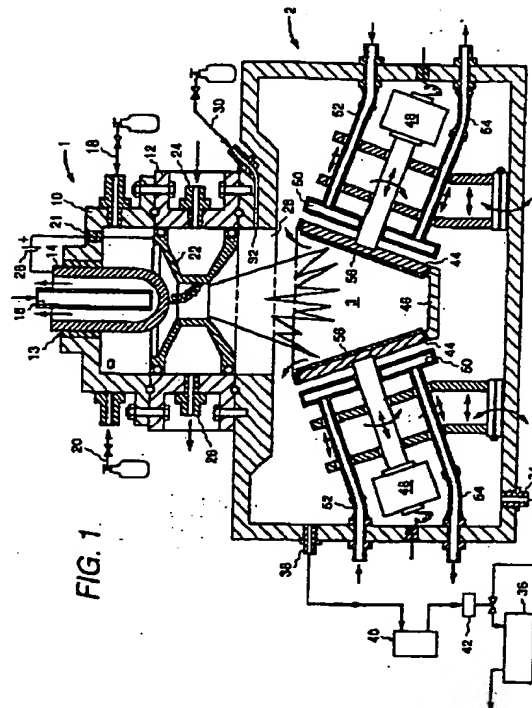
(74)代理人 弁理士 生沼 徳二

(54)【発明の名称】 化学蒸着法によつてダイヤモンドを製造するための改良された装置とそれによつて得られる物品

(57)【要約】 (修正有)

【目的】ダイヤモンドを大面積に化学蒸着するための改良された装置と方法、特にジェット発生用プラズマトーチを利用する装置を提供する。

【構成】メタンのような炭素化合物、水素およびアルゴンの混合物をDCアークプラズマトーチ1に導入してプラズマジェットを形成する。このプラズマジェットを、CVDプロセスの反応チャンバ2内にある部分的に密閉された化学蒸着ゾーン3内に向かわせてその中にトラップする。この化学蒸着ゾーン3を形成している壁の少なくとも一部が、設定温度に冷却された回転基板44からなる。ラジカル化した水素と炭素化合物を含有するプラズマジェットを回転基板44に衝突させて大面積のダイヤモンド層56を生成させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくともひとつのスロートおよび少な

くともひとつの排気手段を有する閉鎖された反応チャンバであって、該チャンバを所望の圧力に維持するための手段を有する反応チャンバと、

複数の壁によって形成され部分的に密閉された化学蒸着ゾーンであって、該ゾーンは前記チャンバ内部に閉込められており、該ゾーンの該壁の少なくともひとつは回転可能な基体である化学蒸着ゾーンと、

前記基体を回転させるための駆動手段と、

前記基体を設定温度に冷却するための冷却手段と、

前記チャンバの前記スロートに接続された少なくともひとつのジェット発生用プラズマトーチであって、該トーチによって発生したジェットを前記ゾーン内にトラップするように配列されたそのジェット放出端を有するプラズマトーチと、

前記プラズマトーチ内にガスを供給するためのガス供給系と、

前記チャンバの前記スロート付近で、または前記トーチの前記ガス供給系を介して、炭素化合物を前記ゾーン内に導入するためのノズル手段とからなる、化学蒸着法によってダイヤモンド物品を製造するための改良された装置。

【請求項2】 前記プラズマトーチが、DCアーク放電プラズマトーチ、RFプラズマトーチ、またはマイクロ波プラズマトーチである、請求項1記載の装置。

【請求項3】 前記基体が、チタン、モリブデン、ニッケル、銅、タングステン、炭化ケイ素、窒化ケイ素、オキシ窒化アルミニウムケイ素、窒化ホウ素、アルミナ、炭化タングステン、ダイヤモンド、サファイアまたはケイ素である、請求項1記載の装置。

【請求項4】 前記物品がヒートシンクまたは半導体装置用回路基板である、請求項1記載の装置。

【請求項5】 前記基体の表面が前記物品を形成するような形状になっている、請求項1記載の装置。

【請求項6】 スロートおよび排気手段を有する閉鎖された反応チャンバであって、該チャンバを所望の圧力に維持するための手段を有する反応チャンバと、2対の対向する側面によって形成され部分的に密閉されたくさび形化学蒸着ゾーンであって、該くさび形の対向する側面の第一の対は実質的に平面状の収束基体であり、各基体は該基体の面に垂直な軸の回りに回転可能であり、対向する側面の第二の対は静止面である化学蒸着ゾーンと、

前記基体の各々を回転させるための駆動手段と、

前記基体の各々を設定温度に冷却するための冷却手段と、

前記チャンバの前記スロートに接続されたDCアークプラズマトーチであって、該トーチによって発生したジェットを前記ゾーン内にトラップするように配列されたそ

のジェット放出端を有するプラズマトーチと、

水素または水素とアルゴンの混合物を前記プラズマトーチ内に供給するためのガス供給系と、

前記チャンバの前記スロート付近で、または前記トーチの前記ガス供給系を介して、炭素化合物を前記ゾーン内に導入するためのノズル手段とからなる、化学蒸着法によってダイヤモンド物品を製造するための改良された装置。

【請求項7】 前記駆動手段が、前記ゾーン内での前記ジェットの混合を改善するために前記基体を反対方向に回転させることができる、請求項6記載の装置。

【請求項8】 前記ゾーンが、さらに、該ゾーンの前記くさび形の形状を変化させるための調節手段を含んでいる、請求項6記載の装置。

【請求項9】 前記基体がモリブデンである、請求項6記載の装置。

【請求項10】 前記冷却手段が、前記基体の各々と平行で調節可能な関係に配置されている実質的に平面状の冷却プレートを含んでおり、前記基体からの熱が該冷却プレートに伝達される、請求項6記載の装置。

【請求項11】 前記冷却手段が、さらに、前記熱交換器の位置を前記基体上で前記設定温度を達成するのに必要な位置に調節する手段を含んでいる、請求項10記載の装置。

【請求項12】 DCアーク放電プラズマトーチのアノードとカソードの間に水素または水素と不活性ガスの混合物を供給してアーク放電を起こさせて、所望の圧力に維持された閉鎖型反応チャンバ内でプラズマジェットを発生させ、

気体状炭素化合物を前記ジェット中に供給し、前記プラズマジェット内で水素および前記気体状炭素化合物をラジカル化し、

前記プラズマジェットを、前記チャンバ内部に閉込められ部分的に密閉された化学蒸着ゾーンに向かわせ、前記プラズマジェットを、少なくともひとつが回転する基体からなる複数の壁によって形成された前記ゾーン内にトラップし、

前記基体を設定温度に冷却し、

前記プラズマジェットを前記冷却された基体に衝突させることによって前記ジェットを消滅させて前記基体上にダイヤモンド層を形成し、

前記ダイヤモンド層を前記基体から分離してダイヤモンド物品を形成することからなる、化学蒸着法によってダイヤモンド物品を製造する方法。

【請求項13】 前記基体を、均一な厚みを有する境界層が生成するのに十分な半径方向速度で連続的に回転する、請求項12記載の方法。

【請求項14】 前記不活性ガスがヘリウムまたはアルゴンである、請求項12記載の方法。

【請求項15】 前記混合物が約60容量%の水素と約

40容量%の前記不活性ガスからなる、請求項12記載の方法。

【請求項16】 水素と炭素化合物の比が約50～約200:約1である、請求項12記載の方法。

【請求項17】 前記炭素化合物が炭化水素、一酸化炭素または二酸化炭素である、請求項12記載の方法。

【請求項18】 前記炭化水素がメタンである、請求項17記載の方法。

【請求項19】 前記所望の圧力が約100トルである、請求項12記載の方法。

【請求項20】 前記基体の前記設定温度が約800℃である、請求項12記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、一般に化学蒸着法によってダイヤモンドを製造するための改良された装置と方法に係り、特にジェット発生用プラズマトーチを利用する装置に関する。

【0002】

【従来の技術】ダイヤモンドは炭素の同素体のひとつであり、原子間距離が1.545オングストロームで均一な四面体状に配列されて共有結合した脂肪族性のsp<sup>3</sup>混成炭素原子から主として構成された結晶網状構造を呈する。ダイヤモンドは極めて硬度が高く、モース硬さが10である。熱伝導率は銅の4倍であるが、電気的には絶縁体である。したがって、ダイヤモンドは理想的なヒートシンクまたは半導体デバイス用回路基板である。

【0003】ダイヤモンドは高压で平衡相として成長させることができ、低压では準安定状態で成長させることができる。本発明は原子状水素の存在下で炭化水素ガスから低压でダイヤモンドを成長させるものである。準安定のダイヤモンドを成長させる方法は数多く開示されている。一般にそれらの方法は、鍵となる反応物質の原子状水素を発生させて系内に輸送する方法が互いに異なっている。

【0004】最近開発されたダイヤモンドの製造法は化学蒸着(以後「CVD」と略すこともある)法である。CVD法を始めとするさまざまなダイヤモンド蒸着法の概説は、「化学と工学ニュース(Chemical & Engineering News)」の第67(20)巻、第24～39頁(1989年5月15日)を参照されたい。この文献を援用する。CVD法では水素と気体状炭素化合物(たとえばメタン)との混合物を活性化し、基板(基体)と接触させてその基板の上にダイヤモンド薄膜を生成させる。水素ガスは原子状水素に解離した後炭素化合物と反応して元素状炭素を始めとする凝着可能な炭素ラジカルを形成する。この炭素ラジカルが基板に付着してダイヤモンドを形成する。CVDダイヤモンドコーティング法のあるもの(以後「フィラメント」法という)では、これらの変換を生起させるのに必要な高い熱活性化温度を得るため

にひとつ以上の抵抗加熱ユニット(たとえば、加熱した導線やフィラメントであり、通常少なくとも2000℃の温度である)を使用する。

【0005】フィラメント法によるCVDダイヤモンド

蒸着にはいろいろな問題がある。たとえば、厚膜作成分野に商業的に応用できる程充分に高いダイヤモンド線蒸着速度が得られるような条件を作り出すことは困難である。水平に配置した基板とらせん状に巻いたフィラメントとを使用する多くの方法が開発されているが、ほとんどの場合達成できる線蒸着速度はかなり低い。

【0006】この線成長速度は、直流(以後「DC」とする)アーク、高周波(以後「RF」とする)エネルギーまたはマイクロ波エネルギーを用いてプラズマジェットを発生するジェット発生用プラズマトーチを使用することによって改善された。このプラズマトーチによって発生したプラズマジェットは元素形態のガスを発生するのに充分な程熱い。

【0007】プラズマジェットの使用によりダイヤモンドの成長が改良されたとはいうものの、上記のプラズマジェット法には、効率が低い、また被覆できる基板面積が小さい(すなわち、従来のDCアークプラズマトーチによって適用できる基板範囲は約1cm<sup>2</sup>である)という問題がある。しかしながら、厚い自立形ダイヤモンド薄膜を利用する工業用途ではほとんどの場合約10cm<sup>2</sup>を超える大面積の薄膜が必要である。すなわち、プラズマジェットプロセスが工業的に意味をもつようになるためには、高いダイヤモンド蒸着速度は維持したままで、大面積で厚い(たとえば約200μm)自立形のダイヤモンド薄膜を生成することができなければならない。

【0008】上述の問題のいくつかを解決するためのひとつの試みとして、多数のプラズマジェットを使用することによって基板の大きな面積を被覆しようとした。しかし、そのような方法では均一な厚みのダイヤモンド薄膜を得ることは困難である。ダイヤモンド薄膜の均一な厚みの欠如という問題の一部は、密集して(約2mmの間隔で)配置された多数のプラズマジェットを使用することによって対処した。しかしながら、プラズマジェットを密集させて使用すると、DCアークトーチのアノードの寿命が大幅に短縮され、また、いろいろなトーチに対して出力とガス供給とを均衡させるのは極めて難しい。

【0009】もうひとつのアプローチでは、プラズマトーチによって発生したプラズマジェットを基板の大きな面積に渡って走査して大面積で厚い(自立形)ダイヤモンド薄膜を生成させた。しかし、そのような走査によって生ずる温度変化のため、得られるダイヤモンド薄膜には亀裂が発生し易い傾向がある。

【0010】

【発明の概要】本発明に従うと、少なくともひとつのスロートおよび少なくともひとつの排気手段を有する閉鎖された反応チャンバ(このチャンバは、このチャンバを

所望の圧力に維持するための手段を有する)と、複数の壁によって形成され部分的に密閉された化学蒸着ゾーン(このゾーンは前記チャンバ内部に閉込められており、このゾーンの壁の少なくともひとつは回転可能な基板である)と、基板を回転させるための駆動手段と、基板を設定された温度に冷却するための冷却手段と、前記チャンバのスロットに接続された少なくともひとつのジェット発生用プラズマトーチ(このトーチは、このトーチによって発生したジェットを前記ゾーン内にトラップするように配列されたそのジェット放出端を有する)と、このプラズマトーチ内にガスを供給するためのガス供給系と、前記チャンバのスロット付近で、または前記トーチのガス供給系を介して、炭素化合物を前記ゾーン内に導入するためのノズル手段と、からなる改良された化学蒸着装置によってダイヤモンド物品が製造される。

[0011]さらに、本発明によると、DCアーク放電プラズマトーチのアノードとカソードの間に水素または水素と不活性ガスの混合物を供給してアーク放電を起こさせて、所望の圧力に維持された閉鎖型反応チャンバ内でプラズマジェットを発生させ、このジェット中に気体状炭素化合物を供給し、水素と気体状炭素化合物をプラズマジェット内でラジカル化し、前記チャンバ内部に閉込められ部分的に密閉された化学蒸着ゾーンにプラズマジェットを向かわせ、少なくともひとつが回転する基板からなる複数の壁によって形成されている前記ゾーン内にプラズマジェットをトラップし、前記基板を設定された温度に冷却し、前記プラズマジェットを冷却された基板に衝突させることによってジェットを消滅させて基板上にダイヤモンド層を形成させ、このダイヤモンド層を基板から分離して物品を形成することからなる改良された化学蒸着法によってダイヤモンド物品が製造される。

[0012]本発明のその他の特徴と利点は、特許請求の範囲の記載、以下の詳細な説明および添付の図面から明らかになるであろう。

[0013]

[詳細な説明]本発明を完全に理解するには、本発明の例示として添付の図面に詳細を図示すると共に以下に説明する具体例を参照されたい。以下では本発明を好ましい具体例に関連して説明するが、本発明は以下の具体例に限定されるものではない。逆に、特許請求の範囲に定義した本発明の思想と範囲内に包含されるすべての代替・変更、修正および等価物・手段を包含するものである。

[0014]近年、蒸気相におけるダイヤモンド薄膜の合成が広く研究されている。蒸気相におけるダイヤモンドの成長機構の詳細は明らかになっていない。しかし、ダイヤモンドの成長機構には原子状水素、メチルラジカルおよび原子状炭素のような励起された化学種が重要な役割を果たしていることが報告されている。これらの励起種はいくつかのCVD法、たとえばホットフィラメン

トCVD、マイクロ波プラズマCVD、電子支援CVD、RFプラズマCVDおよびDCアークプラズマCVDによって生成する。これらのCVD法は水素と炭素化合物(メタンなど)を反応ガスとして使用する。

[0015]ダイヤモンド薄膜蒸着の線成長速度はCVDプロセス中に発生する原子状水素の量の影響を受けることが観察されている。また、フィラメントCVDプロセスを約2500℃のフィラメント温度で実施すると、約5000℃で運転されるプラズマトーチのプラズマジェット放電の場合より発生する原子状水素がかなり少ないことも認められている。しかし、すでに述べたように、上述のプラズマジェットCVDプロセスはダイヤモンド蒸着中に被覆できる基板面積が狭いという欠点がある。比較してみると、基本的なDCアークプラズマCVDプロセス(自由なジェットが通常の入射で衝突する)では最高のダイヤモンド線成長速度(約100~約500 $\mu\text{m}$ /時以上)が最小の基板面積(約1 $\text{cm}^2$ )で得られるのに対し、マイクロ波プラズマジェットCVDプロセスでは最低のダイヤモンド成長速度(約30 $\mu\text{m}$ /時)が最大の基板面積(約6 $\text{cm}^2$ )で得られ、一方、RFプラズマCVD法では上記範囲内のどこかになり、ホットフィラメントCVDプロセスでは通常約1 $\mu\text{m}$ /時以上の線成長速度になる。

[0016]添付の図面を参照して、本発明の方法を実施するための装置を説明する。図1に、DCアーク放電によって高温のプラズマジェットを発生するダイヤモンド合成装置の好ましい具体例を示す。プラズマトーチ(DCアークプラズマトーチが好ましく、全体が1で示されている)はCVD反応チャンバ(全体を2で示す)に接続されている。このトーチはコップ状の上部フランジ10と中空円筒形状の下部フランジ12(円筒形状が好ましい)とからなっている。一端が閉鎖されている細長い中空円筒状カソード14が上部フランジ10の中央に配置されて固定されている。作動中カソード14を冷却するために中央に配置されたカソード水道ライン16が設けられている。水素導入ライン18と不活性ガス導入ライン20からなるガス供給系が上部フランジ10のふちに沿って接線方向に配置されていて、回転するDCアークを発生するトーチ1の内部に水素と不活性ガスを放射状に導入する。しかし、当業者には明らかなように、このようなアークを発生させるのに他の手段を使用してもよい。一般に、不活性ガスはヘリウムかアルゴンであり、アルゴンの方が好ましい。

[0017]滑車形をしたアノード22は、リムに沿って溝が掘られており中心に沿って中空の円筒形状を形成して離れている2つの円形テーパフランジからなっているものが好ましい。アノード22がこのような滑車形状をしているので、アノード22の中央の中空部をDCアークが通り、またアノード22の外壁に沿って設けられた中空部を通して冷却液が流れる。アノード22は円筒

形の下部フランジ12の中に位置している。アノード22のフランジにある溝の中に2個またはそれ以上の「O」リングを入ると、下部フランジ12の内壁とアノード22の外壁との間に形成されたドーナツ形ポケット内に水のような冷却液を導入するための水密シールが形成される。作動中アノード22に冷却液を供給するための冷却液導入口24と冷却液出口26が下部フランジ12の外壁に設けられている。カソード14とアノード22は適切な出力を有する調節可能なDC電源28に接続されている。一般にカソード14はグラファイトカタングステンから作成され、アノード22は銅から作成される。カソード14とアノード22は絶縁体13と絶縁体21によってそれぞれ電氣的に絶縁されている。カソード14には、カソード14とアノード22との間で発生したDCアークの出力を変化させるための調節手段が備わっている。当業者には明らかなように、プラズマ Torch 1の形状およびデザインとして、実質的に所望の結果を達成する他の形状やデザインを使用してもよいことに注意されたい。

【0018】上部フランジ10と下部フランジ12はボルトによって共に固定されているのが好ましく、それによって形成されたDCアークプラズマ Torch 1は全体が2で示されている反応チャンバ2に固着されている。反応チャンバ2に設けられているスロート開口部28はDCアークプラズマ Torch 1の下部フランジ12の開口部にぴったり合わせて固着されている。DCアークプラズマ Torch 1と反応チャンバ2は、反応チャンバ2内部に気密シール雰囲気を作り出すためにボルトで留めてあるのが好ましいことに注意されたい。メタン、一酸化炭素または二酸化炭素のような炭素化合物を導入するための導入ライン30が設けられており、これは反応チャンバ2のスロート28内に位置するのが好ましい。反応チャンバ2のスロート28には、プラズマ Torch 1によって発生したプラズマジェットの羽毛状部に炭素化合物を射出するためのノズル手段32が設けられている。また炭素化合物は、プラズマ Torch 1の上部フランジ10を介して導入してもよい。

【0019】反応チャンバ2の壁はその外壁に沿ってらせん状に溶接された冷却ラインによって冷却することができる。反応ガスを排出するために少なくともひとつの排気口34が設けられている。排気口34には、反応チャンバ2内部で生成した反応ガスを排気するための真空ポンプ系36が接続されているのが好ましい。反応チャンバ2の壁に固定され、その変換面が反応チャンバ2内の圧力に暴露される圧力変換器38が圧力調整用モニタ40に接続されている。排気ライン上に位置する蝶形バルブのようなバルブ42が有効に作用するようにモニタ40に接続されており、反応チャンバ2内の圧力を所望のレベルに維持する。当業者には明らかなように、反応チャンバ2内の圧力をモニタして維持するために別の代

替手段も使用できる。

【0020】反応チャンバ2のスロート開口部28の直下には、部分的に密閉された化学蒸着ゾーン(全体が参照番号3で示されており、反応チャンバ2の内部に閉込められている)がある。このゾーン3は複数の壁で形成されており、その少なくともひとつが回転可能な基板からなっている。ゾーン3は、プラズマ Torch 1によって発生したプラズマジェットをトラップするように反応チャンバ2内に配置されている。ゾーン3の形状はCVDプラズマプロセスで製造しようとする物品の形状に基づく。ゾーン3はくさび形すなわちウェッジ形が好ましく、2対の対向する側面によって形成されるのが好ましい。このくさび形を形成する対向側面の第一の対は2つの実質的に平面状の収束基板44によって形成される。端部を形成する第二の対の対向側面は底部の端で橋架けされた2つの静止面46によって形作られる。基板44は、チタン、モリブデン、ニッケル、銅、タングステン、炭化ケイ素、窒化ケイ素、オキシ窒化アルミニウム、ケイ素、窒化ホウ素、アルミナ、炭化タングステン、ダイヤモンド、サファイアまたはケイ素から形成することができ、好ましい基板44はモリブデン製である。上記「対」という用語は、いろいろなサイズ、形状もしくは材料の基板またはいろいろな表面特性をもっている基板を包含するものとして定義される。

【0021】各々の基板44は、駆動シャフトを介して電動モータ48のような駆動手段に接続されており、このモータ48によって時計回りまたは反時計回りのいずれかの方向に回転できる。シャフトを前後にスライドさせたり、または駆動手段全体の位置を変えたりするか、あるいはその他の適切な方法によってゾーン3のくさび形を調節するための手段が備わっている。駆動手段は全体が反応チャンバ2の内部にあるのが好ましい。しかし、駆動手段は反応チャンバ3の外にあってもよいものと理解されたい。また、単一の駆動手段を設けて、ギャ列と可撓性駆動シャフトを介して両方の基板44を回転させることも考えられる。基板44は反対方向に回転させてゾーン3内でのプラズマジェットの混合を改善するのが好ましい。ある設定された温度に各基板44を保つために冷却プレート50が備えられている。各冷却プレート50は基板冷却液導入ライン52と基板冷却液排出ライン54に接続されている。基板44の温度を保つには、各冷却プレート50にスライド可能な調節手段を設け、冷却プレート50を基板に近付けたり基板から遠ざけたりして基板44を設定温度に維持すればよい。当業者であれば、基板44の温度を設定温度に維持するのに他の手段を使用することができると思われる。基板44の中に直接冷却液を循環させることによって基板44を冷却することもできると考えられる。反応チャンバ2とプラズマ Torch 1のいずれの空間配向も本発明の実施にとって臨界的な意味がないことに注意されたい。

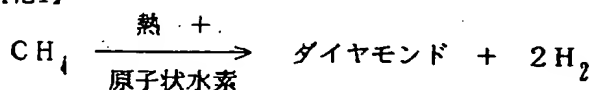
【0022】実施に際しては、図1に示されているように、DC電源28からのDC電流を供給することによってDCアークを発生させる。プラズマ Torch 1に供給されるDC電力は通常約1〜約1000キロワットであり、約40キロワットが好ましい。アノード22の中央に位置する円筒形の開口部に沿って回転するDCアークが生成する。アノード22内の円筒形開口部に沿ってDCアークを回転させることによって、アノード22の表面の侵食と孔食が最低限に抑えられる。好ましくは、最初にアルゴンのような不活性ガスを不活性ガス導入ライン20から供給することによってプラズマジェットを生成させることができる。プラズマジェットが安定したら、水素導入ライン18から上部フランジ10を介してプラズマジェット内に水素を導入する。典型的な場合、約60容量%の水素と約40容量%の不活性ガスとを含有する水素と不活性ガスの混合物を使用する。プラズマ Torch 1内に導入される混合物の流量は、通常、標準状態で約1〜約1000リットル／分であり、約100リットル(標準状態)／分が好ましい。所望であれば、不活性ガスを使用しないでDCアークプラズマジェットを発生させてもよいと考えられる。

【0023】プラズマジェットの温度はおおよそ5000℃であるので、カソード冷却ライン16とアノード冷却ライン24を介してカソード14とアノード22に水のような冷却液を供給する。このような冷却は、DCプラズマジェットの高温によってカソード14とアノード22が融解するのを防ぐために必要である。プラズマジェットの羽毛状部はゾーン3内に吐出される。反応チャンバ2内の圧力は約10〜約800トル、好ましくは約100トルに維持する。次いで、メタンのような炭素化合物を反応チャンバ2のスロット部28中に導入する。

【0024】活性化化学種、すなわち水素と炭素化合物はプラズマジェットにより加熱されてラジカル化し、ラジカル化した炭素化合物と原子状水素を含む組成物を形成する。通常、プラズマ Torch 1内に導入される水素と炭素化合物との容積比は約200〜約50:約1である。ラジカル化した化学種を含有するプラズマジェットがそれより低温の基板44に衝突することによって消滅するとき、基板44上にダイヤモンド薄膜56が生成する。炭素化合物としてメタンを使用した場合次の反応が起こると考えられる。

【0025】

【化1】



【0026】一般に、本発明のプラズマジェットはその一部がゾーン3によってトラップされる。基板44を(好ましくは互いに反対方向に)回転させると、活性化化学種の混合効率が改善されるようであり、そのため、基

板44の表面における均一な厚みを有する薄い境界層の形成が改善されるようである。一般に基板44は、基板表面に沿って均一に薄い境界層が生成するように十分な半径方向速度で連続的に回転させる。通常は約50〜約50,000rpm、好ましくは約5000rpmで基板44を回転させる。基板44の温度は約600〜約1200℃、好ましくは800℃に設定する。

【0027】所望の厚みのダイヤモンド薄膜が基板44上に形成されたら、プロセスを中断して基板を冷却させる。所望であれば、通常の方法によってダイヤモンド薄膜56を基板44から分離することができる。たとえば、エッチングにより基板44から切り離したりする。本発明はまた、下地の基板に付着したままのダイヤモンド物品を製造することも考えていることに注意されたい。

【0028】ここで図2を参照すると、DC電気アーク放電によって生成する高温のプラズマジェットを用いてダイヤモンドを合成するための装置の別の具体例が概略的に示されている。図2の装置は図1の装置とよく似ているが、主たる違いは、図2に示されている化学蒸着ゾーンが図1のものと異なることである。図1と図2でほぼ共通の要素・部分はすべて同じ参照番号で示してあるが、図2ではダッシュを付けてある点のみが異なっている。

【0029】部分的に密閉された化学蒸着ゾーン(全体を参照番号4で示す)は反応チャンバ2'の内部に閉込められている。ゾーン4の壁を形成している基板60は、ダイヤモンド薄膜によって形成される所望の物品の形状と密接に対応する形状をしている。たとえば、この特定の具体例では基板60がカップの形状をしている。このような形状のダイヤモンド物品は赤外光に対して透明なミサイルの窓やドーム(レードーム)として使用できる。しかしながら、他の形状および／または大きさの基板もゾーン4を形成するのに使用できることに注意されたい。基板60は、シャフト64によって、この基板60を時計回りまたは反時計回りに回転させる電動モータ62のような駆動手段に接続されている。プラズマジェットに対する基板60の位置は、駆動手段に備えられている調節手段によって調節できる。図では一例として電動モータ62が反応チャンバ2'の外部にあるものが示されているが、駆動手段全体が反応チャンバ2'の内部にあってもよい。以上の状況のいずれにおいても、基板60の最大面積を覆いながらダイヤモンドの最大成長速度を達成するために、ゾーン4の位置調整手段を設けるべきである。

【0030】基板60を設定温度に維持するために、基板60とほぼ相似の形状を有する冷却プレート66が備えられていて輻射と伝導によって熱を伝達する。図2に示してあるように、冷却プレート66は基板60を外側から包囲するのに十分な大きさをもっている。冷却プレ



ート66は基板冷却液導入ライン68と基板冷却液排出ライン70に接続されている。冷却ライン68と70を通して水のような冷却液を冷却プレート66に供給する。基板60の温度を維持するには、冷却プレート66にスライド可能な調節手段を設け、冷却プレート66を基板60に近付けたり基板60から遠ざけたりして基板60を設定温度に維持すればよい。当業者であれば、基板60の温度を設定温度に維持するのに他の代替手段を使用することができると考えられる。

【0031】実施に際しては、図1に示した好ましい具体例の場合と類似の手段によってDCアークを発生させる。次に、このDCアークにより生成し、原子状水素とラジカル化した炭素化合物を含むプラズマジェットは、冷却された回転基板60に衝突することによって消滅してダイヤモンド薄膜72を形成する。その後、所望であれば、ダイヤモンド薄膜72を通常的手段によって基板60から分離する。

【0032】以上、本発明の特定具体例に関して説明してきたが、もちろん、当業者は特に前記教示に鑑みて修正を施すことができるのであるから、本発明は以上の特定具体例に限定されないものと理解されたい。したがって、本発明の真の思想・範囲に入る前記改良の本質的な特徴を構成するような特徴を有する修正はすべて特許請求の範囲の定義に包含されるものと考えられる。

# 【図面の簡単な説明】

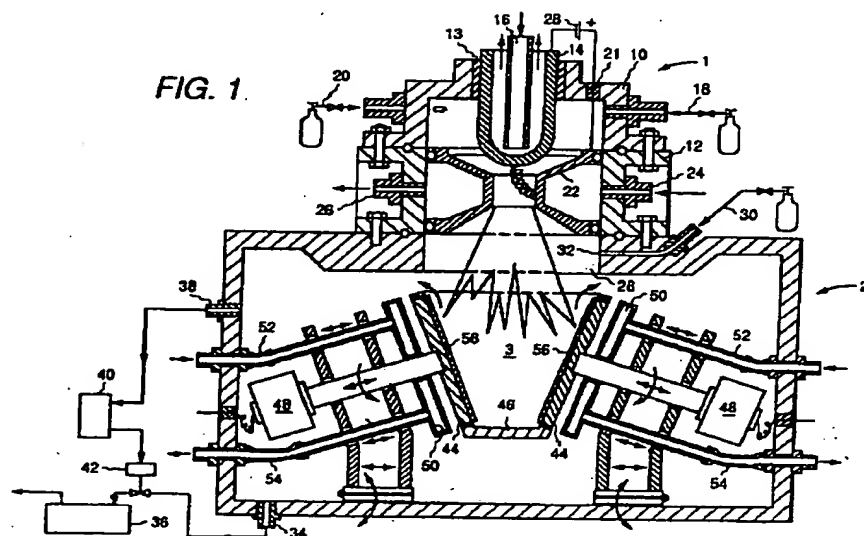
【図1】本発明の好ましい具体例の断面図である。

【図2】本発明の別の具体例の断面図である。

# 【符号の説明】

- 1 DCアークプラズマトーチ、
- 2 CVD反応チャンバ、
- 3、4 化学蒸着ゾーン、
- 14 カソード、
- 18 水素導入ライン、
- 20 不活性ガス導入ライン、
- 22 アノード、
- 28 スロット、
- 30 炭素化合物導入ライン、
- 32 ノズル手段、
- 34 排気口、
- 36 真空ポンプ系、
- 38 圧力変換器、
- 40 圧力調整用モニタ、
- 44 実質的に平面状の収束基板、
- 48、62 電動モータ、
- 50、66 冷却プレート、
- 52、54、68、70 基板冷却液ライン、
- 56、72 ダイヤモンド薄膜、
- 60 基板。

【図1】



【図2】

